



⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑩ DE 199 07 014 A 1

⑤ Int. Cl. 7:  
C 11 D 3/37

⑪ Aktenzeichen: 199 07 014.8  
⑫ Anmeldetag: 18. 2. 1999  
⑬ Offenlegungstag: 24. 8. 2000

⑪ Anmelder:  
Bayer AG, 51373 Leverkusen, DE

⑫ Erfinder:  
Strusch, Jürgen, Dr., 41542 Dormagen, DE;  
Joentgen, Winfried, Dipl.-Chem. Dr., 51067 Köln,  
DE; Juret, Melanie, Dipl.-Ing., 51381 Leverkusen,  
DE; Menzel, Thomas, Dipl.-Chem. Dr., 40723 Hilden,  
DE; Moritz, Ralf-Johann, Dipl.-Chem. Dr., 41469  
Neuss, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

④ Formulierung von Wasch- und Reinigungsmittel-Compounds mit Polyasparaginsäuren und/oder Iminodisuccinaten  
⑤ Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Formulierung sprühgetrockneter Polyasparaginsäure und/oder sprühgetrockneter Iminodisuccinate zwecks Einsatz in Wasch- und Reinigungsformulierungen.

DE 199 07 014 A 1

## DE 199 07 014 A 1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Formulieren von sprühgetrockneten Polyasparaginsäuren und/oder sprühgetrockneten Iminodisuccinaten zwecks Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln.

Im Hinblick auf die ständig steigenden Anforderungen an Wasch- und Reinigungsmitteln lag der Erfindung die Aufgabe zugrunde, Waschmittel und dafür geeignete präformierte Compounds zur Verfügung zu stellen, die hinsichtlich biologischer Abbaubarkeit und technischer Leistungsfähigkeit verbessert sind.

Hierzu sollen sprühgetrocknete Polyasparaginsäure (PAA) und/oder Iminodisuccinate (IDS) in sogenannte Kompakt- und Superkompaktwaschmittelmischungen eingearbeitet werden. Diese Waschmittel zeichnen sich durch eine große Schüttlichkeit und eine grobe Partikelgrößenverteilung mit einem geringen Feingutanteil aus. Die Waschmittelmischungen enthalten zum Großteil Komponenten in fester Form.

Eine typische Hauptkomponente eines Waschmittels ist "granuliertes Schichtsilikat" mit einer mittleren Partikelgröße von ca. 650 µm. Die sprühgetrocknete PAA oder IDS haben einen mittleren Partikeldurchmesser von ca. 100 µm 200 µm. Die Partikel sind kugelförmig. Wird eine Mischung aus Waschmittelkomponenten (z. B. granuliertes Schichtsilikat) und den oben genannten sprühgetrockneten Komponenten (Massenanteil 10%) in einer Verpackung abgesetzt und diese bewegt, so kommt es zu einer Entmischung. Die sprühgetrockneten Komponenten sammeln sich auf dem Boden der Verpackung an. Offensichtlich findet eine Entmischung aufgrund der Partikelgröße statt, bei der die oben genannten kugelförmigen Partikel aus der Sprührohrnung wegen der Schwerkraft durch die Hohlräume der Waschmittelschüttung (Schichtsilikatschüttung) hindurch wandern und sich dann auf dem Verpackungsboden ansammeln.

Aus DE 43 11 440 sind phosphatfreie Wasch- oder Reinigungsmittel auf Basis von Zeolith und 3-Hydroxy-2,2'-iminodibenzosäure und/oder ihren Salzen sowie eine Gerüstkombination und ein Verfahren zu ihrer Herstellung bekannt.

Weiterhin wird darin beschrieben, daß die Wasch- oder Reinigungsmittel in üblicher Weise beispielsweise durch Mischen, Granulieren, Extrudieren und/oder durch Sprühgetrocknung einer wäßrigen Aufschämmung hergestellt werden können. Es wird jedoch darin nicht die Formulierung sprühgetrockneter PAA oder IDS beschrieben.

Aus US 5 266 237 ist der Einsatz von PAA oder Polysuccinimiden (PSI) zusammen mit Zeolithen zur Steigerung der Reinigungswirkung von Waschmittelformulierungen beschrieben. Aber auch in US 5 266 237 findet keine Formulierung der Komponenten statt, die eine breite Verwendung von PAA und/oder IDS in Waschmittelformulierungen erlauben würden.

Bis heute können sprühgetrocknete PAA und/oder IDS in Waschmittelmischungen nicht eingesetzt werden. Aufgrund der kleinen Partikelgröße und der Kugelform kommt es gegenüber den anderen Waschmittelkomponenten zur Entmischung.

Bisherige Formulierungsversuche mit reiner sprühgetrockneter PAA und/oder sprühgetrocknetem IDS sind fehlgeschlagen. So führt beispielsweise die Mischartagglomeration von PAA mit Wasser oder PAA-Lösung als Agglomerationsflüssigkeit zu einer klebenden Masse und nicht zu Agglomeraten.

Das Kompaktieren von sprühgetrockneter PAA funktioniert nicht, da die Kompaktierwalzen verkleben.

Gründe für die Nicht-Anwendbarkeit der genannten Formulierungsverfahren sind in der hohen Lösegeschwindigkeit, der starken Hygroskopie, der starken Klebrigkeit von angelöstem PAA und/oder Iminodisuccinat, dem starken Haftvermögen von angelöster PAA und/oder Iminodisuccinat auf metallischen Oberflächen, der niedrigen Erweichungstemperatur und der Partikelgrößenverteilung von sprühgetrockneter PAA und/oder IDS zu suchen.

Coatingversuche von granuliertem Schichtsilikat mit PAA-Lösung waren bisher ebensowenig erfolgreich. Coatingversuche von komplexen Waschmittelmischungen mit PAA-Lösung hingegen waren erfolgreich. Allerdings ist dann die Formulierung von PAA-Compounds nicht möglich, die notwendig ist, um Kompaktwaschmittelmischungen herzustellen.

Gegenstand der Erfindung ist deshalb ein Verfahren, bei dem durch Formulierung einer Mischung aus PAA und/oder IDS und einem anderen Schüttgut eine Partikelgrößenverteilung eingestellt wird, bei der es nicht zu einer Entmischung mit den granulierten Restbestandteilen des Wasch- und Reinigungsmittels kommt. Das mit PAA und/oder IDS zu vermischtende Schüttgut kann insbesondere aus einer oder mehreren Waschmittelkomponenten bestehen.

Das erfindungsgemäße Verfahren betrifft die Formulierung eines Compounds auf Basis sprühgetrockneter PAA und/oder IDS durch Agglomerieren, Kompaktieren, Tablettieren oder Extrudieren, dadurch gekennzeichnet, daß man

- 50 a) sprühgetrocknete PAA und/oder sprühgetrocknetes IDS mit einer oder mehreren Waschmittelkomponenten in einem Feststoffmischer mischt,
- b) die Mischung mit Hilfe einer Agglomerationsflüssigkeit agglomeriert,
- c) die Agglomerate mit Pulvern feiner Partikelgrößenverteilung und großer spezifischer Oberfläche abpudert,
- d) die abgepuderten Agglomerate mit einer weiteren pulverförmigen Komponente, wie sie in Waschmitteln eingesetzt werden, mischt und
- e) den Grobgutanteil absiebt

oder nach Schritt a)

- f) die Mischung gegebenenfalls unter Zugabe von plastifizierend wirkenden Tensiden bzw. Seifen kompaktiert und
- g) das kompaktierte Gemisch anschließend auf die gewünschte maximale Partikelgröße zerkleinert

oder nach Schritt a)

- h) die Mischung aus sprühgetrockneter PAA und/oder IDS und einer oder mehreren Waschmittelkomponenten mittels einer oder zwei Schnecken verdichtet,
- i) die verdichtete Mischung über eine Lochplatte ausformt und

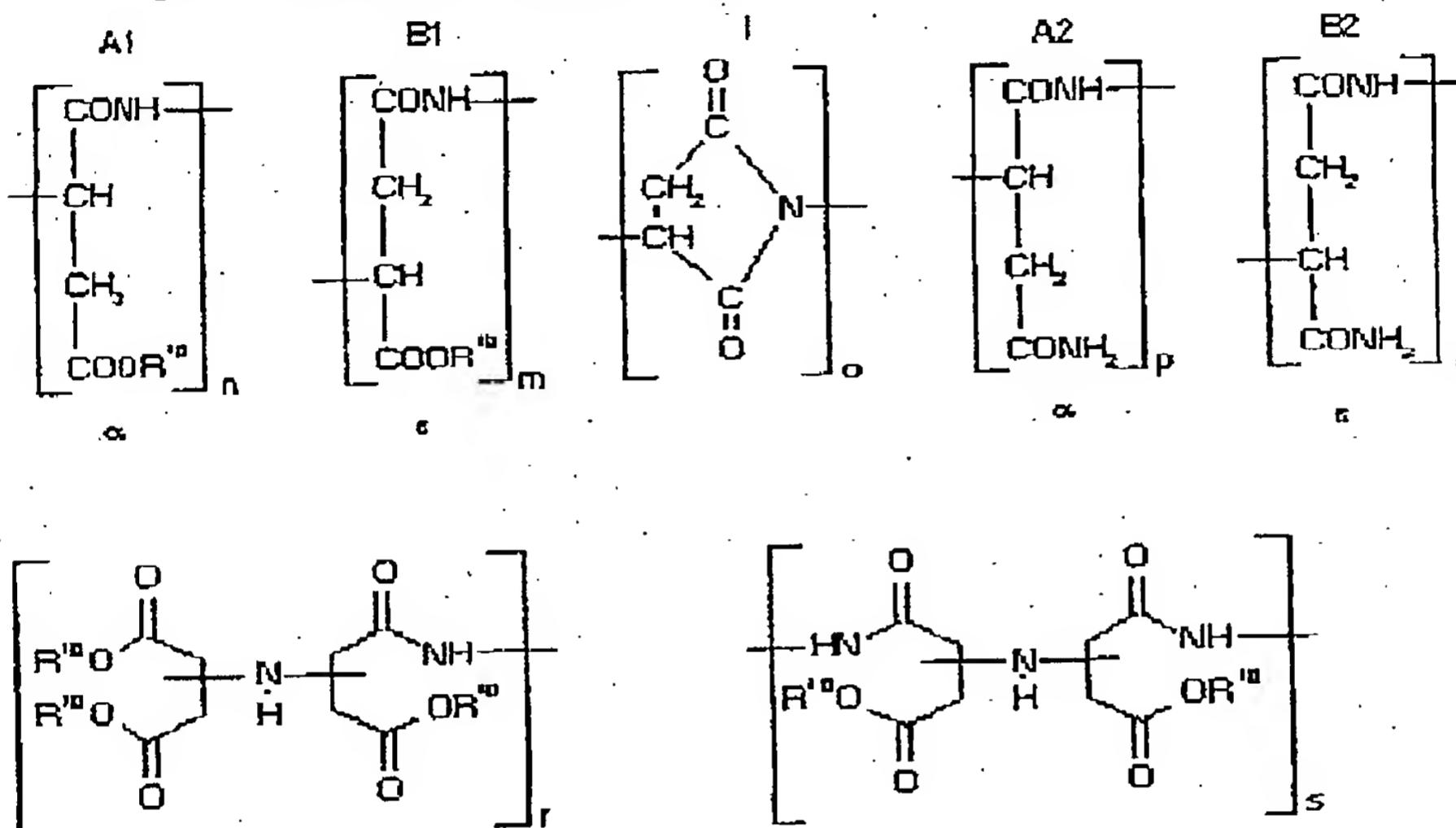
## DE 199 07 014 A 1

k) die die Lochplatte verlassenden Extrudate auf die gewünschte Länge schneiden:

Die Zugabe von einer oder mehreren Waschmittelkomponenten erlaubt die Formulierung von Polyasparaginsäuren und/oder Iminodisuccinaten, indem zum einen die Hohlräume zwischen den einzelnen Partikeln ausgefüllt werden. Zum anderen wird die durch angelöste Polyasparaginsäure und/oder Iminodisuccinate entstehende Klebrigkeit reduziert und die Gefahr der Überfeuchtung verminderter.

Die erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von vor formulierten Compounds für den Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln, verwendeten Komponenten enthalten neben den für ein pulverförmiges Waschmittel üblichen Zusatzstoffen wenigstens ein Polymer mit wiederkehrenden Succinyleinheiten und/oder dessen lösliche Salze und/oder ein Iminodisuccinat (IDS).

Bevorzugte PAA entsprechen der folgenden Zusammensetzung:



wobei  
 $R^{10}$  ihr H oder für ein Kation, insbesondere Alkalimetall, Ammonium steht,  
n, m für 0 oder eine ganze Zahl von 1 bis 300 stehen,  
o für eine ganze Zahl von 1 bis 300 steht,  
p, q für 0 oder eine ganze Zahl von 1 bis 10 stehen,  
r für 0 oder eine ganze Zahl von 1 oder 2, steht,  
s für 0 oder eine ganze Zahl von 1 bis 10 steht und die Summe aus  
n + m + o + p + q ≤ 300 ist, wobei die Indices n, m, o, p, q, r und s angeben, wieviele Einheiten im Polymer, gegebenenfalls statistisch verteilt, enthalten sind.

Unter der erfindungsgemäß zu verwendenden PAA werden die entsprechenden freien Säuren, ihre Salze aber auch Derivate der Säuren, insbesondere Anhydride, Amide und Ester verstanden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform liegt die wiederkehrende Einheit B1, bezogen auf die Summe der Einheiten B1 und A1, zu wenigstens 50%, insbesondere zu wenigstens 70% vor.

Unter die erfindungsgemäßen PAA fallen auch solche, die unter den gewählten Reaktionsbedingungen gegenüber den entsprechenden Ausgangsverbindungen chemisch modifiziert wurden.

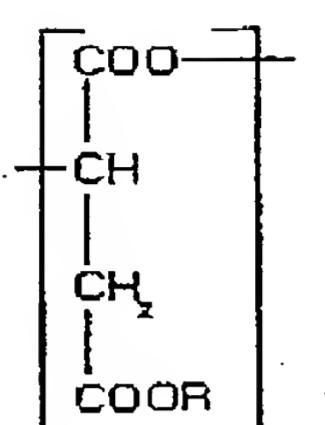
Das mittlere Molekulargewicht (MW) kann sich innerhalb einer breiten Spanne bewegen, wobei PAA mit Molekulargewichten zwischen 500 und 100.000 g/mol einsetzbar sind, bevorzugt aber sind 1.000 bis 50.000 g/mol oder, noch besser 1.000 bis 30.000 g/mol.

Die Molekulargewichtsbestimmung erfolgt über Gelpermeationschromatographie (GPC) an Shodex OH-PAK als stationäre Phase und mit 0,15 M NaCl + 200 ppm NaN<sub>3</sub> als Eluentlösung. Eine Kalibrierung kann am besten mit reiner PAA, z.B. Fa. Sigma, deren Molekulargewicht durch eine Absolut-Meßmethode, beispielsweise LALLS bestimmt wurde, erfolgen.

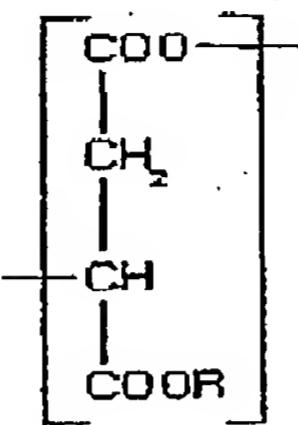
Zusätzlich können durch geeignete Reaktionsführung und Wahl der Edukte noch weitere wiederkehrende Einheiten enthalten sein, beispielsweise

a) Äpfelsäure-Einheiten der Formeln

## DE 199 07 014 A 1

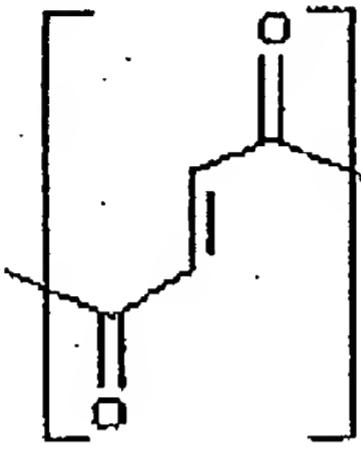
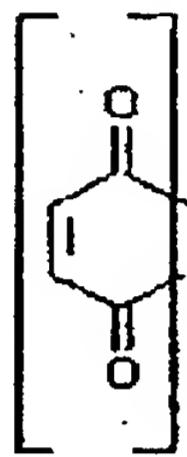


und

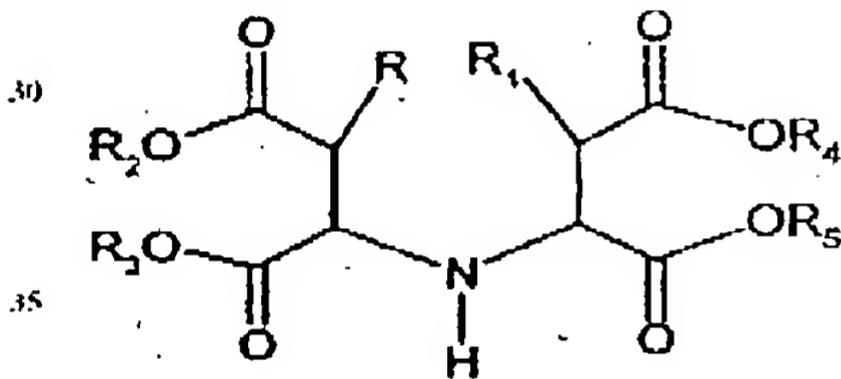


und

18 · bei Maleinsäure- und Fumarsäure-Einheiten der Formeln



26 Die erfindungsgemäß zu verwendenden Iminodisuccinate (IDS) entsprechen der folgenden Formel



woraus

R, R<sub>1</sub> unabhängig voneinander für H oder OH stehen,40 R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> unabhängig voneinander für ein Kation, Wasserstoff, Alkalimetallionen und Ammoniumionen stehen, wobei Ammoniumionen der allgemeinen Formel R<sub>6</sub>R<sub>7</sub>R<sub>8</sub>R<sub>9</sub>N<sup>+</sup> entsprechen und R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub> unabhängig voneinander für einen Rest der Reihe Wasserstoff, Alkylreste mit 1 bis 12 C-Atomen oder hydroxysubstituierte Alkylreste mit 2 bis 3 C-Atomen bedeuten.

45 Die Erfindung betrifft weiterhin Kompaktwasch- und/oder Reinigungsmittel, welche, insbesondere als Builder, die erfindungsgemäß Kombination aus PAA und/oder dessen Salze und/oder einem Iminodisuccinat-Derivat und weiteren Substanzen als präformierte Compounds enthält. Das Gewichtsverhältnis von PAA zum Iminodisuccinat-Derivat liegt vorzugsweise zwischen 1 : 6 und 4 : 1.

50 Die erfindungsgemäß zu verwendenden PAA sind nach bekannten Verfahren herstellbar, beispielsweise gemäß US-A 4 839 461, US-A 5 371 180, US-A 5 288 783, J. Org. Chem., 24, p 1662-1666 (1959) und J. Org. Chem., 26, 1084 (1961).

55 Von den erfindungsgemäß einzusetzenden PAA sind vorzugsweise die wasserlöslichen Alkalimetallsalze oder die teilweise mit Alkalimetall hydrolysierten PAA zu verwenden. Von den in dem erfindungsgemäß Buildersystem eingesetzten IDS-Derivaten werden vorzugsweise die löslichen Salze eingesetzt. Dies sind diejenigen, die als Kationen solche aus der Gruppe der Ammonium und Alkalimetallionen enthalten. Dabei können eine, zwei, drei oder alle vier Carbonsäuregruppen in der Salzform vorliegen.

60 Die Formulierung von PAA und/oder IDS kann durch die Agglomeration einer Mischung aus sprühgetrockneter PAA und/oder sprühgetrocknetem IDS und einer anderen oder mehrerer anderer Komponenten in einem Feststoffmischer durchgeführt werden.

Als Feststoffmischer können Mischer mit und ohne bewegte Mischwerkzeuge eingesetzt werden. Beispiele sind Pfugscharfmischer, Schneckenhandmischer, Intensivmischer, Freifallmischer und andere Feststoffmischer, bei denen eine abrollende Partikelbewegung auftritt, wie sie z. B. bei einem Agglomerationsteller vorhanden ist. Bei Pfugscharfmischern ist der Einsatz von Zerkleinerern sehr günstig, mit dem der störende Grobgutanteil (Agglomeratdurchmesser größer als 2 mm) gering gehalten werden kann.

65 Aufgrund des niedrigen Erweichungspunktes von sprühgetrockneter PAA, die ca. 15% Wasser enthält, und IDS muß eine Erwärmung des Produktes im Feststoffmischer vermieden werden. Hierfür ist bei Pfugscharfmischern eine Kühlung über die Mischerrwandlung vorzusehen. Um durch die Bewegung der zu agglomerierenden Schüttung möglichst wenig Reibungswärme in das Produkt einzutragen, ist es notwendig, daß die Verarbeitungszeiten möglichst kurz gehalten werden.

## DE 199 07 014 A 1

Als andere Komponenten kommen dabei übliche Waschmittelkomponenten infrage wie Silikate, Natriumcitrat und anorganische Salze wie Natriumcarbonat, Natriumhydrogencarbonat, Natriumsulfat und Natriumpolyphosphate.

Besonders bevorzugte Komponenten sind Schichtsilikate, Metasilikate, Natrium-carbonate und Natriumcitrat.

Das Mischen von sprühgetrockneter PAA und/oder Iminodisuccinaten mit einer oder mehreren Waschmittelkomponenten erlaubt die Agglomeration von PAA und/oder IDS, indem zum einen die Hohlräume zwischen den einzelnen PAA-Partikeln und/oder IDS ausgesäuft werden. Zum anderen wird die durch angelöstes PAA und/oder IDS entstehende Klebrigkeitsreduzierung und die Gefahr der Überfeuchtung vermindert.

Als Agglomerationsflüssigkeit können neben Wasser auch andere für Waschmittel zulässige Stoffe eingesetzt werden. Gut geeignet sind Salzlösungen (z. B. gesättigte Natriumcarbonat- oder Natriumcitratlösung), die durch die erhaltenen Ionenladungen auf den Feststoffpartikeln ausgleichen können und somit die Agglomeration unterstützen.

Es können auch Schmelzen, z. B. geschmolzene Tenside, als Agglomerationsflüssigkeit eingesetzt werden.

Beim Aufsprühen der Agglomerationsflüssigkeit kommt es darauf an, daß eine örtliche Überfeuchtung vermieden wird. Die Gefahr einer örtlichen Überfeuchtung ist bei sprühgetrockneter PAA und IDS aufgrund der ausgeprägten Hydrophilie besonders groß.

Hierfür ist es notwendig, daß eine ausreichend feine Tropfengröße verteilt (Tropfengröße kleiner als 100 µm) beim Versprühen der Agglomerationsflüssigkeit vorliegt, und daß eine ausreichende Vermischung gewährleistet wird. Im Feststoffmischer mit beweglichen Mischwerkzeugen muß die Drehzahl so hoch gewählt werden, daß die Froude-Zahl deutlich größer ist als 1. günstig ist eine Froude-Zahl gleich 8.

Des Weiteren kommt es darauf an, daß die Agglomerationsflüssigkeit in kurzer Zeit aufgesprührt wird, so daß sie als Zwischenflüssigkeit zur Bildung von Flüssigkeitsbrücken zur Verfügung steht und nicht vollständig von der PAA aufgenommen wird.

Um eine gute Lagerstabilität (geringe Verfestigung mit der Zeit) zu erhalten, muß der Anteil an Agglomerationsflüssigkeit möglichst klein sein (Masse Agglomerationsflüssigkeit/Masse trockene Mischung = 1%-4%).

Zum Abpudern der Agglomeration setzt man Pulver mit feiner Partikelgrößenverteilung und großer spezifischer Oberfläche ein.

PAA neigt sehr stark zur Zeitverfestigung. Durch das Bepudern mit Pulvern, die eine feine Partikelgrößenverteilung und eine große spezifische Oberfläche aufweisen, kann der Zeitverfestigungseffekt sehr stark reduziert werden. In Frage kommende Pulver sind insbesondere Zeolith A, P, oder X und Natriumsulfat.

Die erfundungsgemäß einzusetzenden Zeolithe kommen in der üblichen hydratisierten, feinkristallinen Form zum Einsatz. Ihr Wassergehalt liegt vorzugsweise zwischen 19 und 22 Gew.-%. Sie weisen praktisch keine Teilchen größer als 30 µm auf und bestehen vorzugsweise zu wenigstens 80% aus Teilchen einer Größe kleiner als 10 µm. Ihr Calciumbindungsvermögen, das nach den Angaben der deutschen Patentanmeldung 2 412 837 bestimmt wird, liegt im Bereich von 100 bis 200 mg CaO/g. Geeignet ist insbesondere der Zeolith NaA, ferner auch der Zeolith NaX und Zeolith P sowie Mischungen aus NaA und NaX. Mengenangaben und Gewichtsverhältnisse, die den Gerüststoff Zeolith betreffen, werden im Rahmen dieser Erfindung – sofern nicht anders angegeben – auf wasserfreie Aktivsubstanz bezogen.

Die festen Silikate können amorph und/oder kristallin sein. Sie können dabei als Pulver oder als Granulat zum Einsatz kommen. Bevorzugte Alkalisilikate sind die Natriumsilikate, insbesondere die amorphen Natriumsilikate, mit einem molaren Verhältnis  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$  von 1 : 2 bis 1 : 2,8. Derartige amorphe Alkalisilikate sind beispielsweise unter dem Namen Portil (Henkel) oder Britesil (AKZO) im Handel erhältlich. Als kristalline Silikate, die allein oder im Gemisch mit amorphen Silikaten vorliegen können, werden vorzugsweise kristalline Schichtsilikate der Formel (I)  $\text{NaMSi}_x\text{O}_2 + 1xy\text{H}_2\text{O}$  eingesetzt, in denen M für Natrium steht, x die Werte 2 oder 3 annimmt und y eine Zahl von 0 bis 20 ist. Insbesondere bevorzugt sind sowohl β- als auch α-Natriumdisilikate  $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ . Hier wären beispielsweise auch die Schichtsilikate SKS6 und SKS7 der Fa. Hoechst zu nennen.

Die Lagerstabilität von PAA-Aggomerationen wird durch das Mischen mit weiteren pulverförmigen Komponenten stark verbessert. Diese Komponenten sind in einem solchen Mengenanteil hinzuzugeben, daß die PAA-Aggomeration von der pulverförmigen Komponente eingebettet werden.

Für diesen Schritt eignen sich insbesondere in Waschmitteln eingesetzte Stoffe, insbesondere Schichtsilikatpulver.

Nach dem Entleeren des Compounds aus dem Feststoffmischer wird der Grobgutanteil (insbesondere der Anteil größer als 2 mm) abgesiebt, um in der Waschmittelmischung eine Entrisselung nach der Partikelgröße zu vermeiden. Der Grobgutanteil des Compounds würde sich an der Oberfläche der Waschmittelmischung anreichern.

Neben der Agglomeration ist aber auch eine Kompaktierung oder Tablettierung im Rahmen des erfundungsgemäßen Verfahrens möglich. Allerdings kann reine sprühgetrocknete PAA-Ware und/oder sprühgetrocknete IDS-Ware nicht kompaktiert oder tabletuiert werden, da beim Kompaktieren die PAA- und/oder IDS-Partikel erweichen und die Kompaktorwalzen Tablettentmatrizenwände verkleben.

Jedoch können Mischungen aus PAA und/oder IDS und einem Pulver (insbesondere aus einem bzw. mehreren Waschmittelkomponenten) kompaktiert werden. Um beim Kompaktieren das Ablösen des kompaktierten Produktes von den Walzen zu verbessern, ist es günstig, Walzen mit einer tiefen Profilierung z. B. Stäbchen einzusetzen. Das kompaktierte Produkt muß anschließend auf die gewünschte maximale Partikelgröße zerkleinert werden. Das Zerkleinernsverfahren ist so zu wählen, daß ein möglichst geringer Feingutanteil entsteht.

Nach dem Zerkleinern muß der Feingutanteil abgesiebt und zum Kompaktor zurück geführt werden.

Das Kompaktierverhalten von Mischungen mit sprühgetrockneter PAA und/oder IDS kann durch die Zugabe von plasticisierend wirkenden Tensiden bzw. Seifen verbessert werden. Diese Stoffe sind vor dem Kompaktieren in die Mischung einzuarbeiten. Das Tensid kann hierbei in fester oder flüssiger Form eingesetzt werden.

Infolgedessen können die erfundungsgemäß herzustellenden Compounds noch weitere Bestandteile enthalten, beispielsweise flüssige bis wachsartige Komponenten wie Silikonöle und Paraffinöle, vorzugsweise jedoch Fetuseifen, synthetische Seifen wie Fetalkoholsulfate und Alkylbenzolsulfonate und nichtionische Tenside wie Fetalkoholethoxilate und Propoxilate.

Im Falle des Extrudierens wird eine Mischung aus sprühgetrockneter PAA und/oder IDS und einer oder mehrerer

## DE 199 07 014 A 1

Waschmittelkomponenten mittels einer oder zwei Schnecken verdichtet und über eine Lochplatte ausgeformt. Die die Lochplatte verlassenden Extrudate werden auf die gewünschte Länge geschnitten. Günstig ist es, wenn eine oder mehrere der eingesetzten Waschmittelkomponenten eine schmierende und plastifizierende Wirkung besitzen. Diese Wirkungen können auch durch eine Beheizung des Extruders eingestellt werden.

Überraschenderweise besteht aufgrund der erfundungsgeimäßen Formulierungsschritte die Möglichkeit, sprühgetrocknete PAA-Ware und/oder sprühgetrocknete IDS-Ware in pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln einzusetzen, insbesondere dann, wenn die sprühgetrocknete PAA-Ware oder die sprühgetrocknete IDS-Ware in einer Mischung mit pulverförmigen Komponenten verarbeitet wird. Hierfür eignen sich insbesondere solche pulverförmigen Stoffe, die in Waschmitteln als Komponenten eingesetzt werden.

Das beschriebene Herstellungsverfahren führt zu einem Compound, das nach der Einarbeitung in Waschmittelmischungen nicht zur Iminischung von PAA oder IDS führt. Das Compound erreicht Schüttdichten zwischen 660 kg/m<sup>3</sup> und 920 kg/m<sup>3</sup>.

## Beispiel

15

## Agglomeration in einem Feststoffmischer

- Eingesetzte Apparate
  - Plugscharmischer 130 l Nennvolumen
  - Zerhacker
  - Doppelmantel, angeschlossen an Kühlwasser (T = 14°C)
  - Drehzahl entsprechend einer Froude-Zahl von 8: n = 172 upm
- Mischen von Polyasparaginsäure und Schichtsilikat-Pulver:
  - 50% Polyasparaginsäure (20,8 kg) + 50% Schichtsilikat-Pulver (20,8 kg)
  - Mischzeit: 0,5 min
- Agglomeration der Mischung:
  - Agglomerationssflüssigkeit: Wasser
  - Zugabe der Agglomerationssflüssigkeit: Zweistoffdüse
  - Anteil der Agglomerationssflüssigkeit, bezogen auf trockenen Feststoff 3,3% (1,37 kg)
  - Zeitraum der Flüssigkeitszugabe: 4 min
- Bepudern mit Zeolith-Pulver:
  - Anteil des Zeolith-Pulvers (wasserfeucht), bezogen auf trockenen Feststoff: 2% (0,914 kg)
  - Mischzeit: 0,5 min
- Mischen mit SKS-6-Pulver:
  - Anteil des SKS-6-Pulvers, bezogen auf trockenen Feststoff 81% (33,7 kg)
  - Absieben des Grobgutanteils bei einer Siebmaschenweite von 2 mm

## Patentansprüche

40 1. Verfahren zur Formulierung eines Compounds auf Basis sprühgetrockneter Polyasparaginsäure und/oder sprühgetrockneter Iminodisuccinate durch Agglomrieren, Kompaktieren oder Extrudieren, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) sprühgetrocknete Polyasparaginsäure und/oder sprühgetrocknete Iminodisuccinate mit einer oder mehreren Waschmittelkomponenten in einem Feststoffmischer mischt,
- b) die Mischung mit Hilfe einer Agglomerationssflüssigkeit agglomeriert,
- c) die Agglomerate mit Pulvern feiner Partikelgrößenverteilung und großer spezifischer Oberfläche abpudert,
- d) die abgedeckten Agglomerate mit einer weiteren pulverförmigen Komponente, wie sie in Waschmitteln eingesetzt werden, mischt und
- e) den Grobgutanteil absiebt

oder nach Schritt a)

- f) die Mischung kompaktiert und
- g) das kompaktierte Gemisch anschließend auf die gewünschte maximale Partikelgröße zerkleinert

55 oder nach Schritt a)

- h) die Mischung aus sprühgetrockneten Polyasparaginsäuren und/oder sprühgetrockneten Iminodisuccinate und einer oder mehreren Waschmittelkomponenten mittels einer oder zwei Schnecken verdichtet,
- i) die verdichtete Mischung über eine Lochplatte ausformt und
- k) die die Lochplatte verlassenden Extrudate auf die gewünschte Länge schneidet.

60 2. Compounds auf Basis sprühgetrockneter Polyasparaginsäure und/oder sprühgetrockneter Iminodisuccinate hergestellt durch Agglomieren, Kompaktieren oder Extrudieren von sprühgetrockneten Polyasparaginsäuren und/oder sprühgetrockneten Iminodisuccinaten und

- a) Mischen derselben mit einer oder mehreren Waschmittelkomponenten
- b) Agglomieren der Mischung mit Hilfe einer Agglomerationssflüssigkeit
- c) Abpudern der Agglomerate mit Pulvern feiner Partikelgrößenverteilung und großer spezifischer Oberfläche
- d) Mischen der abgedeckten Agglomerate mit einer weiteren pulverförmigen Komponente, wie sie in Waschmitteln eingesetzt werden und

## DE 199 07 014 A 1

e) Absieben des Grobgutanteils  
oder nach Schritt a)  
f) Kompaktieren der Mischung und  
g) Zerkleinern des kompaktierten Gemisches auf die gewünschte maximale Partikelgröße  
oder nach Schritt a)  
h) Verdichten der Mischung aus sprühgebrockneter Polyasparaginsäure und/oder Iminodisuccinaten mit  
einer oder mehreren Waschmittelkomponenten mittels einer oder zwei Schnecken,  
i) Ausformen der verdichtenen Mischung über eine Lochplatte und  
k) Schneiden der die Lochplatte verlassenden Extrudate auf die gewünschte Länge.  
3. Kompaktierte Waschmittel enthaltend neben üblichen Zusatzstoffen einen wirksamen Anteil wenigstens ei-  
ner PAA und/oder dessen lösliche Salze und/oder einem Iminodisuccinat-Derivat als präformierte Com-  
pounds.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

MAR-23-2004-TUE 03:47 PM CLARIANT CORP LEGAL

FAX No. 704 331 7707

P. 081

- Leerseite -